

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИДКОЙ ФАЗЫ ПРИ ЧАСТИЧНОМ ВЫМОРАЖИВАНИИ РАСТВОРОВ

А.А.Русинова, Ю.М.Полежаев, А.И.Матерн

Уральский государственный технический университет

620002, Екатеринбург, Мира, 28

mail@tehnо.com

Поступила в редакцию 30 июля 2001 г., после исправления - 17 октября 2001 г.

Установлены закономерности изменения концентрации жидкой фазы, остающейся при частичном вымораживании растворов.

THE REGULARITIES OF CHANGING OF LIQUID PHASE CONCENTRATION AT THE PARTIAL FREEZING OF SOLUTIONS

A.A.Rusynova, Yu.M.Polezhaev, A.I.Matern

They were determined the regularities of concentration changing of the liquid phase, which keeps at partial freezing of solutions.

Русинова Анна Анатольевна – аспирантка кафедры аналитической химии Уральского государственного технического университета-УПИ.

Область научных интересов: концентрирование и анализ растворов.

Имеет 9 научных публикаций.

Полежаев Юрий Михайлович – доктор технических наук, профессор кафедры аналитической химии Уральского государственного технического университета-УПИ.

Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 420 научных и методических

публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

Матерн Анатолий Иванович – декан химико-технологического факультета Уральского государственного технического университета-УПИ, заведующий кафедрой аналитической химии, кандидат химических наук, доцент.

Область научных интересов: физико-химические методы анализа органических объектов, исследование сорбционных материалов.

Автор свыше 50 научных и методических работ, в том числе 2 учебных пособий.

Возможность применения замораживания для концентрирования растворов известна давно, и этот способ используется в лабораторной и промышленной практике [1]. Метод заключается в том, что при замерзании (переходе в лед) растворителя растворенные компоненты остаются в жидкой фазе, которая в результате этого им обогащается. Метод замораживания может быть использован для концентрирования органических и неорганических компонентов, обладающих достаточной растворимостью при низкой температуре.

Описано много технических вариантов осуще-

ствления процесса. Обычно концентрирование проводят в пластиковых сосудах вместимостью от 100 мл до 300 л, которые заливают раствором и помещают в морозильную камеру или замораживают, используя природный холод. После вымораживания определенной части жидкости оставшуюся жидкую фазу сливают через отверстие в ледяной оболочке [2]. Отмечается [2,3] целесообразность применения механического перемешивания, устраняющего возможность переохлаждения раствора и последующего быстрого замерзания, вызывающего захват льдом растворенных компонентов. Еще более эффективно применение

направленной кристаллизации [4].

Самым простым способом является вымораживание в статических условиях, когда раствор в сосуде вымораживается до определенной степени. Например, авторы патента [5] предлагают способ очистки питьевой воды, заключающийся в ее замораживании до 60-90 % от общего объема, слива концентрата и последующего таяния льда для получения чистой воды. При использовании этого варианта очень важно знать, как изменяется концентрация раствора в зависимости от степени вымораживания с тем, чтобы заранее установить, какой объем концентрата и с какой степенью концентрирования можно получить данным способом в конкретных условиях эксперимента. С этой целью мы провели специальные исследования.

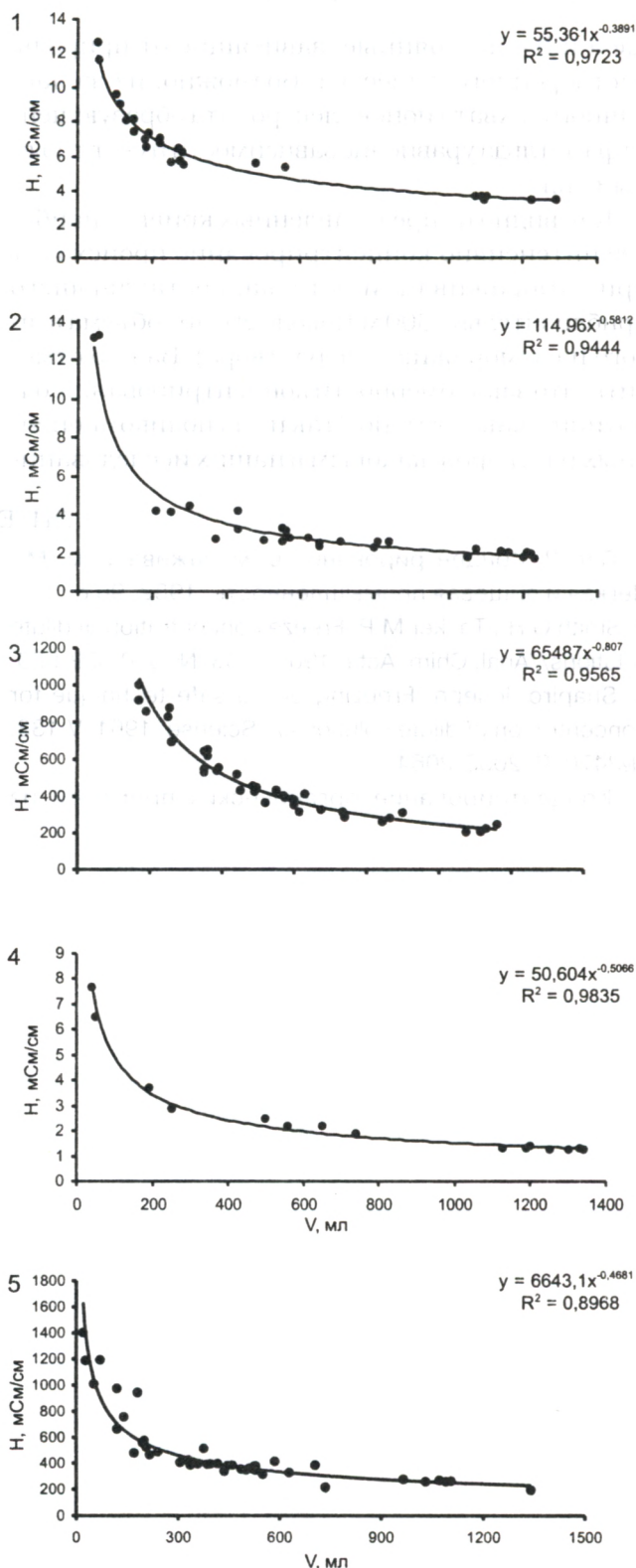
Методика эксперимента состояла в следующем. В пластиковые сосуды вместимостью 1,5 л заливали растворы солей по 1,4 л в каждый сосуд. Замораживание проводили в бытовой морозильной камере "Юрюзань-111". Непосредственно после загрузки камеры температура в ней составляла -9°C . По мере замораживания растворов температура в камере понижалась и к моменту полного промораживания составляла -30°C , таким образом, замораживание осуществлялось в политермическом режиме. Степень вымораживания регулировали временем выдержки сосудов в морозильной камере.

Сосуды с частично замерзшей жидкостью извлекали из камеры и сразу же сливали жидкую фазу, измеряли ее объем и удельную электропроводность кондуктометром LF-300 (производство германской фирмы WTW). Кондуктометр использует функцию автоматической температурной компенсации (АТК) результатов измерений и приводит их к 20°C . Удельную электропроводность раствора использовали как меру суммарной концентрации электролитов в растворе. Характеристика исходных растворов, использованных в эксперименте, приведена в таблице.

Исходные растворы

№ п/п	Раствор соли	Концентрация раствора, г/л	Удельная электропроводность H раствора, мСм/см
1	MgSO ₄	2,46	3,2
2	BaCl ₂	2,44	1,8
3	FeCl ₃	1,02	1,1
4	KNO ₃	0,049	0,158
5	Водопроводная вода	—	0,188–0,195

Кривые зависимости удельной электропроводности от объема незамерзшего раствора (слитой из сосуда жидкости) представлены на рисунке.



Зависимость удельной электропроводности (H , мСм/см, мСм/см) незамерзшего раствора от его объема (V , мл) для растворов MgSO₄ (1), BaCl₂ (2), FeCl₃ (3), KNO₃ (4) и водопроводной воды (5)

В уравнениях $x = H$, $y = V$, R – коэффициент корреляции или фактор достоверности математической аппроксимации

Все зависимости однотипны и с высокой степенью корреляции описываются уравнением

$$H = a \cdot V^{-b},$$

где a и b – постоянные, зависящие от природы растворенного вещества. Возможно, из-за частичного захвата ионов электролита образующейся фазой льда уравнение зависимости имеет сложный вид.

Как видно из представленных кривых, наиболее интенсивно концентрирование происходит при замораживании остатка, составляющего приблизительно 300 мл (около 20 % от объема взятого на замораживание раствора). Важно отметить, что закономерности концентрирования однотипны как для моно-, так и для поликомпонентных растворов, каковым в наших исследовани-

ях являлась водопроводная вода. Пользуясь приведенными на рисунке уравнениями, можно вычислить степень вымораживания при заданной величине концентрации соли в растворе. При использовании общего уравнения для других растворов необходимо определить коэффициенты a и b , замерив экспериментально H и V хотя бы в двух точках.

Из экспериментальных данных видно также, что методом разового спонтанного вымораживания можно достигнуть не более чем 8-кратного концентрирования раствора.

В практике целесообразно вымораживать около 85-90 % жидкости. Если степень концентрирования окажется недостаточной, то полученный концентрат можно подвергнуть повторному замораживанию.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пап Л. Концентрирование вымораживанием. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1982. 96 с.
2. Smith G.H., Tasker M.P. Freeze concentration of dilute solutions // Anal. Chim. Acta. 1965. V.33, № 5. P.559-560.
3. Shapiro Joseph. Freezing-out, a safe technique for concentration of dilute solutions // Science. 1961. V.133, №3470. P. 2063-2064.
4. Концентрирование органических примесей из

- водных растворов методом направленной кристаллизации/В.Ф.Бондаренко, Н.А.Собина, Л.Я.Хейфец, Г.В.Слепцов // Проблемы охраны вод. Харьков, 1977. Вып. 7.С. 25-29.
5. Способ улучшения качества питьевой воды вымораживанием / А.В.Сосновский, С.А.Ивлев, В.С.Самойлов, В.В.Герман. Пат.России 2077160, Заявка 94011389/26. Заявл. 01.04.94 г., опубл. 10.04.97.

* * *



Исходная концентрация, мг/л		
5,0	35,5	1000
0,1	14,5	2000
1,0	3,7	5000
800,0	800,0	10000
800,0-880,0	—	до 100000